

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2014 年 10 月 30 日(30.10.2014)



(10) 国際公開番号

WO 2014/175035 A1

- (51) 国際特許分類:
C02F 11/14 (2006.01) D21C 11/04 (2006.01)
C02F 11/12 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2014/059850
- (22) 国際出願日: 2014 年 4 月 3 日(03.04.2014)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2013-092777 2013 年 4 月 25 日(25.04.2013) JP
特願 2014-044751 2014 年 3 月 7 日(07.03.2014) JP
- (71) 出願人: 栗田工業株式会社(KURITA WATER INDUSTRIES LTD.) [JP/JP]; 〒1640001 東京都中野区中野四丁目 1 〇 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 山本 英男(YAMAMOTO, Hideo); 〒1640001 東京都中野区中野四丁目 1 〇 番 1 号 栗田工業株式会社内 Tokyo (JP). 賀川 泰裕(KAGAWA, Yasuhiro); 〒1640001 東京都中野区中野四丁目 1 〇 番 1 号 栗田工業株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 大谷 保, 外(OHTANI, Tamotsu et al.); 〒1050001 東京都港区虎ノ門三丁目 2 5 番 2 号
- ブリヂストン虎ノ門ビル 6 階 特許業務法人大谷特許事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーロパ (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: AID FOR DEWATERING LIME MUD AND METHOD FOR DEWATERING LIME MUD USING SAID AID

(54) 発明の名称: 石灰泥の脱水助剤、及びそれを用いた石灰泥の脱水方法

(57) Abstract: The present invention provides an aid for dewatering lime mud, said aid being capable of efficiently dewatering a muddy substance containing calcium carbonate, and containing a polyoxyethylene polyoxypropylene alkyl ether represented by the formula $R^1O[CH_2CH(CH_3)O]_m[CH_2CH_2O]_nH$ (1) (R^1 represents a linear and/or branched C_{10-18} alkyl, m represents an integer of 1 to 10, and n represents an integer of 1 to 10.)

(57) 要約: 本発明は、炭酸カルシウムを含む泥状物を効率よく脱水し得る石灰泥の脱水助剤を提供するものであり、下記一般式 (1) で表されるポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルを含む、石灰泥の脱水助剤である。 $R^1O[CH_2CH(CH_3)O]_m[CH_2CH_2O]_nH$ (1) (式中の R^1 は炭素数 10 ~ 18 の直鎖及び／又は分岐アルキル基、 m は 1 ~ 10 の整数、 n は 1 ~ 10 の整数を示す。)



WO 2014/175035 A1

明 細 書

発明の名称：

石灰泥の脱水助剤、及びそれを用いた石灰泥の脱水方法

技術分野

[0001] 本発明は、石灰泥の脱水助剤、及び該脱水助剤を用いて、炭酸カルシウムを含む泥状物（石灰泥）を効率よく脱水する方法に関する。

背景技術

[0002] 従来、紙及び／又はパルプ製造、特にクラフトパルプ製造における苛性化工程は、木材チップの蒸解により回収した黒液をボイラーで燃焼して得られたスメルトを溶解し、その上澄み液である緑液に生石灰を投入して、緑液中の炭酸ナトリウムを水酸化ナトリウムに変換し、生じた炭酸カルシウムを除去して、木材チップの蒸解液としての白液を調製する工程である。緑液は、通常、炭酸ナトリウム、硫化ナトリウムを主成分とした強アルカリ性水溶液であり、この緑液に生石灰を投入すると、生石灰は水と反応して水酸化カルシウムになり、緑液中の炭酸ナトリウムと交換反応を起こし、水不溶性の炭酸カルシウムを生成する。その結果、緑液は水溶性の水酸化ナトリウム、硫化ナトリウムと水不溶性の炭酸カルシウムを含む泥状物（以後「石灰泥」と記すことがある。）を含んでいる。

[0003] 前記石灰泥は、フィルターで固液分離され、濾液は水酸化ナトリウム、硫化ナトリウムを含む白液としてパルプ蒸解工程に送られ、フィルター表面に分離された脱水ケーキは剥ぎ取られて、キルンで焼かれて生石灰に再生され、再び苛性化工程に使用される。固液分離に使用されるフィルターは、オリバーフィルター、ヤングフィルターあるいはプリコートフィルター等があり、分離された脱水ケーキの含水率は通常30質量%～40質量%である。しかし、フィルターの目が詰まってくると、脱水ケーキの含水率が上がり、脱水処理に支障を来すばかりでなく、キルンで焼成するときに燃料が多く必要となる。そこで、装置の運転を止めて濾布面の洗浄が行われるが、洗浄頻

度が多いと操業上、支障をきたすことになる。

- [0004] 石灰泥の脱水性を改善するために、各種脱水促進剤の適用が提案されてきた。例えば特許文献1には、カチオン性ポリマーを使用する方法、特許文献2には、炭素数10～14の直鎖アルコールのエチレンオキシド3～4モル付加物を脱水促進剤とする技術が開示されている。

先行技術文献

特許文献

- [0005] 特許文献1：特開昭57-48340号公報
特許文献2：特開2000-344518号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0006] しかしながら、前記特許文献1の技術においては、石灰泥は凝集するが、脱水効果は大きくなり、逆に凝集物中に水を抱き込んで脱水率が低下することがあるという問題がある。また、前記特許文献2の技術においては、石灰泥に気泡が多く入り込み、脱水が邪魔されて脱水ケーキの含水率が低下せず、脱水促進剤添加の効果が得られないことがあり、さらに、苛性化工程の変動により、上記の脱水促進剤を添加しても安定した脱水が達成されない場合があるなどの問題点があった。
- [0007] 本発明は、このような状況下になされたものであり、炭酸カルシウムを含む泥状物を効率よく脱水し得る石灰泥の脱水助剤、及び該脱水助剤を用いて、石灰泥を効率よく脱水する方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

- [0008] 本発明者らは、前記目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、下記の知見を得た。

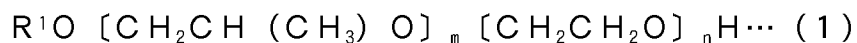
特定の構造（組成）を有するポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルを含む石灰泥脱水助剤を、苛性化工程で生成した炭酸カルシウムを主体とする石灰泥スラリーに添加することで、該石灰泥の表面が疎水

化され、吸引脱水では除去できない吸着水の大部分が除去できるようになり、スラッジフィルターで真空吸引脱水する際に、脱水性が促進され、脱水ケーキ中の含水率を低減させることができる。さらに、当該脱水助剤を用い、その構造を変化させることで、低温脱水用、あるいは高温脱水用として使い分けることができると共に、石灰泥に気泡が入り込みにくくなり、石灰泥の含水率が十分に低下することを見出した。

本発明は、かかる知見に基づいて完成したものである。

[0009] すなわち、本発明は、以下の(1)～(10)を提供する。

(1) 下記一般式(1)



(式中の R^1 は炭素数10～18の直鎖及び／又は分岐アルキル基、 m は1～10の整数、 n は1～10の整数を示す。)

で表されるポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルを含む、石灰泥の脱水助剤。

(2) 一般式(1)において、 R^1 は炭素数12～16の直鎖及び／又は分岐アルキル基、 m は7～9の整数、 n は1～4の整数である、上記(1)に記載の石灰泥の脱水助剤。

(3) 一般式(1)において、 R^1 は炭素数10～18の直鎖及び／又は分岐アルキル基、 m は1～3の整数、 n は6～9の整数である、上記(1)に記載の石灰泥の脱水助剤。

(4) 上記(1)～(3)のいずれか一項に記載の石灰泥の脱水助剤を石灰泥に添加する工程を含む、石灰泥の脱水方法。

(5) 紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程において生成する、20℃以上60℃以下の石灰泥に、上記(2)に記載の石灰泥の脱水助剤を添加する工程を含む、石灰泥の脱水方法。

(6) 紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程において生成する、50℃以上85℃以下の石灰泥に、上記(3)に記載の石灰泥の脱水助剤を添加する工程を含む、石灰泥の脱水方法。

(7) 紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程において生成する石灰泥の温度を測定する温度測定工程と、前記石灰泥の温度が20℃以上50℃未満のときには上記(2)に記載の脱水助剤を選択し、前記石灰泥の温度が50℃以上60℃以下のときには上記(2)に記載の脱水助剤及び上記(3)に記載の脱水助剤の少なくとも1種を選択し、前記石灰泥の温度が60℃を超え85℃以下のときには上記(3)に記載の脱水助剤を選択する、脱水助剤の選択工程と、前記石灰泥に、選択された脱水助剤を添加する工程と、前記脱水助剤が添加された石灰泥を脱水して脱水ケーキを得る脱水工程と、を含む、石灰泥の脱水方法。

(8) 紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程において生成する石灰泥を脱水する方法であって、上記(1)～(3)のいずれか一項に記載の石灰泥の脱水助剤を、スラッジフィルター送り配管中のポンプサクション又はスラッジフィルターのシャワー水中に添加する工程を含む、上記(4)～(7)のいずれか一項に記載の石灰泥の脱水方法。

(9) 紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程において生成する石灰泥を脱水する方法であって、上記(1)～(3)のいずれか一項に記載の石灰泥の脱水助剤を、スラッジフィルターのシャワー水中に添加する工程を含む、上記(4)～(7)のいずれか一項に記載の石灰泥の脱水方法。

(10) 紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程が、クラフトパルプ製造における苛性化工程である、上記(4)～(9)のいずれか一項に記載の石灰泥の脱水方法。

発明の効果

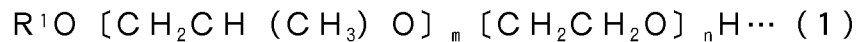
[0010] 本発明によれば、炭酸カルシウムを含む泥状物（石灰泥）を効率よく脱水し得る石灰泥の脱水助剤、及び該脱水助剤を用いて、石灰泥を効率よく脱水する方法を提供することができる。

発明を実施するための形態

[0011] まず、本発明の脱水助剤について説明し、次いで脱水剤を用いた石灰泥の脱水方法を説明する。

[脱水助剤]

本発明の脱水助剤は、下記一般式（１）



（式中の R^1 は炭素数１０～１８の直鎖及び／又は分岐アルキル基、 m は１～１０の整数、 n は１～１０の整数を示す。）

で表されるポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルを含むことを特徴とする。当該構造の脱水助剤は、脱水効率に優れる。

ここで、 R^1 の炭素数、 m 及び n の上記数値は、平均値であり、実際にはこの数値範囲よりも大きい成分及び／又は小さい成分を含んでいてもよい。ただし、 R^1 の炭素数、 m 及び n は、上記範囲内であり、上記範囲外のものを含まないことが好ましい。

ここで、脱水助剤は、上記一般式（１）、 R^1 、 m 及び n の条件を満たす複数種類のポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルの混合物であってもよく、単一種類のポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルであってもよい。

なお、本明細書において、「炭素数１０～１８の直鎖及び／又は分岐アルキル基」とは、「炭素数１０～１８の直鎖アルキル基及び炭素数１０～１８の分岐アルキル基の少なくとも１種」を意味する。すなわち、本発明の脱水助剤は、一般式（１）における R^1 が炭素数１０～１８の直鎖アルキル基である成分と、一般式（１）における R^1 が炭素数１０～１８の分岐アルキル基である成分のいずれか一方を含んでいてもよく、双方を含んでいてもよい。

[0012] 本発明の脱水助剤は、本発明の目的を損なわない範囲で、必要に応じて他の成分を含有することができる。他の成分としては、例えば、従来公知の凝集剤や他の界面活性剤などを含有することができる。例えば、発泡が激しい場合には、ポリオキシプロピレンアルキルエーテルを添加することができる。

ただし、脱水効率の向上の観点から、脱水助剤中における一般式（１）で表されるポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルの含有

量は、好ましくは90質量%以上、より好ましくは95質量%以上、更に好ましくは99質量%以上、更に好ましくは100質量%である。

[0013] <脱水助剤の製造方法>

一般式(1)で表されるポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルは、高級アルコールにプロピレンオキシド、エチレンオキシドを付加することにより製造することができる。

高級アルコールへのエチレンオキシドの付加とプロピレンオキシドの付加はランダムでもブロックでも良く、また、エチレンオキシドを先に付加しても、プロピレンオキシドを先に付加してもよい。好ましくはプロピレンオキシドを先に付加し、次いでエチレンオキシドを付加したブロック付加体である。

[0014] 高級アルコールにプロピレンオキシド、エチレンオキシドを付加する方法は、特に限定されるものではなく、一般的な方法によって製造することができる。その一例としては、先ず、高級アルコールを耐圧容器に入れ、触媒としてアルカリ金属水酸化物、好ましくは水酸化ナトリウムを所定量加えて溶解する。次いで、温度150～160℃、圧力2～4 kg/cm²程度で撹拌しながら所定量のプロピレンオキシドを吹き込み、所定量を反応させる。次いで、エチレンオキシドを吹き込み、反応させる。その後、冷却し鉱酸、好ましくは硫酸で中和した後、ろ過する。このようにして、一般式(1)で表されるポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルを得ることができる。

高級アルコールとしては、デシルアルコール、ウンデシルアルコール、イソデシルアルコール、ラウリルアルコール(ドデシルアルコール)、トリデシルアルコール、イソトリデシルアルコール、ミリスチルアルコール、ペンタデシルアルコール、セチルアルコール、イソセチルアルコール及びオレイルアルコールの1種又は2種以上が挙げられる。

[0015] <第1の態様に係る脱水助剤>

第1の態様に係る脱水助剤は、前述の一般式(1)で表されるポリオキシ

エチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルが、 R^1 が炭素数12～16の直鎖及び／又は分岐アルキル基、 m が7～9の整数、 n が1～4の整数である、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルである。

当該脱水助剤は、好ましくは20℃以上60℃以下、より好ましくは20℃以上55℃未満の低温における石灰泥の脱水効率に優れている。

[0016] 当該態様に係る脱水助剤は、上記低温における石灰泥の脱水効率の向上の観点から、好ましくは m が7～9の整数かつ n が2～4の整数である。同様の観点から、 m 及び n の合計($m+n$)は、好ましくは9～13である。また、同様の観点から、 m と n との比(m/n)は、好ましくは0.55～0.95であり、より好ましくは0.60～0.90であり、更に好ましくは0.60～0.85であり、更に好ましくは0.65～0.80である。同様の観点から、 R^1 は炭素数12～16の分岐アルキル基が好ましい。

[0017] <第2の態様に係る脱水助剤>

第2の態様に係る脱水助剤は、前述の一般式(1)で表されるポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルが、 R^1 が炭素数10～18の直鎖及び／又は分岐アルキル基、 m が1～3の整数、 n が6～9の整数であるポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルである。

当該脱水助剤は、好ましくは50℃以上85℃以下、より好ましくは55℃以上85℃以下程度の高温における石灰泥の脱水効率に優れている。

[0018] 当該態様に係る脱水助剤は、上記高温における石灰泥の脱水効率の向上の観点から、好ましくは m が1～2の整数かつ n が7～8の整数である。同様の観点から、 m 及び n の合計($m+n$)は、好ましくは8～11であり、より好ましくは9～11である。また、同様の観点から、 m と n との比(m/n)は、好ましくは0.05～0.40であり、より好ましくは0.08～0.35であり、更に好ましくは0.10～0.30であり、更に好ましくは0.11～0.23である。

[0019] [石灰泥の脱水方法]

次に、前述する脱水助剤を用いた石灰泥の脱水方法について説明する。

本発明に係る石灰泥の脱水方法は、前述の石灰泥の脱水助剤を石灰泥に添加する工程を含む。

以下に、本発明に係る石灰泥の脱水方法の好適な態様について説明する。

＜脱水助剤の添加工程＞

当該石灰泥の脱水方法は、紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程において生成する石灰泥に、前述の石灰泥の脱水助剤を添加する工程を含む。

この紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程は、クラフトパルプ製造における苛性化工程であることが好ましい。

脱水助剤の添加場所としては、緑液に生石灰を投入してなる石灰泥スラリーをスラッジフィルターに送るスラッジフィルター送り配管中のポンプサクシオン、ポンプデリバリー、スラッジフィルター送り配管の途中に設けられた石灰泥スラリーを貯蔵するための石灰泥タンク、スラッジフィルターのスラリー受けバット、スラッジフィルターのシャワー水の1箇所又は2箇所以上が好ましく、スラッジフィルター送り配管中のポンプサクシオン及びスラッジフィルターのシャワー水の一方又は双方に添加するのがより好ましく、スラッジフィルター送り配管中のポンプサクシオンまたはスラッジフィルターのシャワー水に添加するのが更に好ましい。また、より効率的に脱水する観点から、脱水助剤を少なくともスラッジフィルターのシャワー水に添加するのがより更に好ましく、例えば脱水助剤の全量をスラッジフィルターのシャワー水に添加するのが好ましい。

なお、本明細書において、「紙及び／又はパルプ製造」とは「紙製造及びパルプ製造のいずれか一方又は双方」のことを意味する。

[0020] 脱水助剤の添加量は、石灰泥の固形分濃度や粒子径に影響されるが、石灰泥スラリーに対して、好ましくは10～1000mg/Lであり、より好ましくは50～500mg/L、更に好ましくは50～300mg/L、より更に好ましくは50～200mg/Lである。

また、脱水助剤の添加量は、石灰泥スラリーの固形分に対して、好ましくは30～10000mg/kg、より好ましくは30～6000mg/kg

、さらに好ましくは $30 \sim 2800 \text{ mg/kg}$ である。

脱水助剤は、必要に応じて原液添加することができ、また、溶媒で希釈して添加することもできる。溶媒で希釈して添加する場合、溶媒は、水が好ましい。また、脱水助剤を溶媒で希釈してなる希釈液中における脱水助剤の含有量は、好ましくは $1000 \sim 50000 \text{ mg/L}$ であり、より好ましくは $3000 \sim 20000 \text{ mg/L}$ であり、更に好ましくは $5000 \sim 10000 \text{ mg/L}$ である。

なお、苛性化工程で生成される石灰泥の固形分濃度は、通常 $250 \sim 450 \text{ g/L}$ 程度であり、また平均粒子径は個数分布で通常 $1 \sim 5 \mu\text{m}$ 程度である。

[0021] (脱水剤の種類)

紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程において生成する、 20°C 以上 60°C 以下の石灰泥には、前述した第1の態様に係る石灰泥の脱水助剤を添加することが好ましい。これにより、このような低温の石灰泥の脱水効率が向上する。

また、紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程において生成する、 50°C 以上 85°C 以下の石灰泥に、前述した第2の態様に係る石灰泥の脱水助剤を添加することが好ましい。これにより、このような高温の石灰泥の脱水効率が向上する。

このように、温度条件の異なる現場ごとに最適な脱水助剤を選定することにより、脱水ケーキの含水率を良好に低減することができる。

[0022] <脱水工程>

本脱水工程では、前記添加工程で脱水助剤の添加された石灰泥スラリーを脱水して、脱水ケーキを得る。

このようにして得られた脱水ケーキは含水率が低い。そのため、当該脱水ケーキを絶乾状態にするために必要な熱量が減少し、従来方法より石灰キルンの重油使用量を削減できる。また、脱水ケーキからの持ち込み水分の減少により、石灰キルンの温度が上昇するため、石灰焼成度を改善できる。更に

、持ち込み水分の減少によりアルカリの持ち込みが減るため、キルンのダムリングを軽減することができる。また、脱水ケーキの水分が減少するため、設備閉塞のリスクが軽減され、清掃の回数も減少する。

[0023] <石灰泥の脱水方法の一態様>

石灰泥の脱水方法の一態様は、紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程において生成する石灰泥の温度を測定する温度測定工程と、前記石灰泥の温度が20℃以上50℃未満のときには前述の第1の態様に係る脱水助剤を選択し、前記石灰泥の温度が50℃以上60℃以下のときには前述の第1の態様に係る脱水助剤及び前述の第2の態様に係る脱水助剤の少なくとも1種を選択し、前記石灰泥の温度が60℃を超え85℃以下のときには前述の第2の態様に係る脱水助剤を選択する、脱水助剤の選択工程と、前記石灰泥に、選択された脱水助剤を添加する工程と、前記脱水助剤が添加された石灰泥を脱水して脱水ケーキを得る脱水工程と、を含む。

このように、温度条件の異なる現場ごとに最適な脱水助剤を選定することにより、脱水ケーキの含水率を良好に低減することができる。

実施例

[0024] 次に実施例により、本発明をさらに詳細に説明するが、本発明は、これらの例によってなんら限定されるものではない。

[脱水助剤]

脱水助剤として、第1表、第2表及び第3表に示す組成の脱水助剤を用いた。すなわち、脱水助剤として、前述の一般式(1)において、R¹、m及びnが第1表、第2表及び第3表に示す組成である脱水助剤を用いた。

[0025]

[表1]

第1表

脱水剤No.	組成		
	R ¹	m	n
1	14直鎖	9	1
2	12直鎖	7	2
3	16分岐	9	4

[0026] [表2]

第2表

脱水剤No.	組成		
	R ¹	m	n
4	10分岐	2	6
5	14直鎖	3	7
6	12直鎖	1	8
7	18直鎖	2	9

[0027] [表3]

第3表

脱水剤No.	組成		
	R ¹	m	n
8	16 直鎖	6	2
9	14 直鎖	10	3
10	12 直鎖	3	4
11	14 直鎖	6	5
12	10 分岐	9	6
13	18 直鎖	4	8
14	10 直鎖	1	10

[0028] [石灰泥スラリー]

石灰泥スラリーとして、某製紙工場の苛性化工程から採取した薬剤無添加の石灰泥スラリーを用いた。固形分濃度は、純水を用いて、実機ライムマッ

ドフィルターの受けバットに流入する濃度である 36 g/L に調整した。

[0029] [実施例 1-1]

石灰泥スラリーをポリ瓶に 50 mL 採取し、所定温度 (30℃) まで加熱した。これに所定量 (200 mg/L) の脱水助剤を添加し、均一になるよう十分混合した。混合したスラリー全量を吸引濾過器 (最大吸引圧力: -0.095 MPa) で 60 秒間吸引濾過した。

濾過後の脱水ケーキ全量を取り出し、チャック付きの袋の中で均一になるようほぐした。その中から約 5 g を採取し湿潤質量を測定した (W_w)。

その後、105℃の乾燥器内で12時間以上乾燥し、放冷後に乾燥質量を測定した (W_d)。脱水ケーキ中の含水率を次式より求めた。

$$\text{脱水ケーキ中の含水率 (質量\%)} = [(W_w - W_d) / W_w] \times 100$$

脱水ケーキ中の含水率を第4表に示す。

[0030] [実施例 1-2 ~ 1-4]

実施例 1-2, 1-3 及び 1-4 では、ポリ瓶に採取された石灰泥スラリーを、それぞれ、50℃ (実施例 1-2)、60℃ (実施例 1-3) 及び 80℃ (実施例 1-4) まで加熱したこと以外は、実施例 1-1 と同様の操作を行った。脱水ケーキ中の含水率を第4表に示す。

[実施例 2-1 ~ 14-4]

実施例 2-1 ~ 14-4 では、脱水剤の種類及び加熱温度を第4表に示すとおりとしたこと以外は実施例 1-1 と同様の操作を行った。脱水ケーキ中の含水率を第4表に示す。

[比較例 1-1 ~ 1-4]

比較例 1-1 ~ 1-4 では、脱水剤を用いなかったこと以外は、それぞれ実施例 1-1 ~ 1-4 と同様の操作を行った。脱水ケーキ中の含水率を第4表に示す。

[0031]

[表4]

第4表

	脱水剤No.	石灰泥脱水ケーキ中の含水率(%)			
		30℃(*1)	50℃(*1)	60℃(*1)	80℃(*1)
実施例1-1～1-4	1	22.5	21.0	20.9	23.2
実施例2-1～2-4	2	21.3	20.9	21.6	22.4
実施例3-1～3-4	3	22.4	20.5	21.3	23.4
実施例4-1～4-4	4	25.4	22.3	19.6	18.5
実施例5-1～5-4	5	24.4	21.4	19.5	18.6
実施例6-1～6-4	6	23.9	21.7	18.8	17.2
実施例7-1～7-4	7	24.6	22.5	20.2	18.5
実施例8-1～8-4	8	23.5	22.7	22.2	22.1
実施例9-1～9-4	9	24.2	24.1	21.9	22.7
実施例10-1～10-4	10	25.1	23.5	23.4	24.1
実施例11-1～11-4	11	24.4	23.8	23.8	19.9
実施例12-1～12-4	12	25.2	23.5	22.9	21.4
実施例13-1～13-4	13	26.0	24.4	24.1	22.8
実施例14-1～14-4	14	27.1	25.1	22.8	20.1
比較例1-1～1-4	無添加	31.4	30.1	28.2	26.2

(*1) 石灰泥スラリーの加熱温度。

[0032] 実施例1-1～14-4と比較例1-1～1-4との比較からわかるとおり、脱水剤No. 1～14を添加することにより、好適な脱水効果を発現する。

脱水剤No. 1～3は、低温域でより好適な脱水効果を発現すると共に、脱水剤No. 4～7は、高温域でより好適な脱水効果を発現する。

[0033] [実施例15, 16及び比較例2]

次に、脱水剤の添加場所による脱水効果の違いを評価するために、下記の試験を行った。脱水剤として表1の脱水剤No. 3を100mg/Lスラリー重量で、スラッジフィルター送り配管中のポンプサクション（実施例15）又はスラッジフィルターのシャワー水（実施例16）に添加した。比較例2として、脱水剤を添加しない場合についても同様に試験を行った。結果を第5表に示す。

[0034]

[表5]

第5表		
No.	添加場所	石灰泥脱水ケーキ中の含水率(%)
比較例2		25.8
実施例15	スラッジフィルター送り配管	23.8
実施例16	スラッジフィルターシャワーライン	20.6

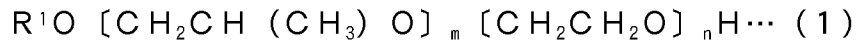
[0035] 第5表に示すとおり、本願発明の脱水剤は、スラッジフィルター送り配管中のポンプサクション（実施例15）及びスラッジフィルターのシャワー水（実施例16）のいずれに添加しても、すぐれた脱水効果が発揮されることが明らかになった。また、スラリーに直接添加するよりも、脱水剤を添加したシャワー水をスラリーに添加した方が、よりすぐれた脱水効果が発揮されることが明らかになった。

産業上の利用可能性

[0036] 本発明の脱水助剤、及びそれを用いた石灰泥の脱水方法は、石灰泥を効率よく脱水することができるため、紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程における脱水助剤として好適に適用することができる。

請求の範囲

[請求項1] 下記一般式（１）



（式中の R^1 は炭素数１０～１８の直鎖及び／又は分岐アルキル基、 m は１～１０の整数、 n は１～１０の整数を示す。）

で表されるポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキルエーテルを含む、石灰泥の脱水助剤。

[請求項2] 一般式（１）において、 R^1 は炭素数１２～１６の直鎖及び／又は分岐アルキル基、 m は７～９の整数、 n は１～４の整数である、請求項１に記載の石灰泥の脱水助剤。

[請求項3] 一般式（１）において、 R^1 は炭素数１０～１８の直鎖及び／又は分岐アルキル基、 m は１～３の整数、 n は６～９の整数である、請求項１に記載の石灰泥の脱水助剤。

[請求項4] 請求項１～３のいずれか一項に記載の石灰泥の脱水助剤を石灰泥に添加する工程を含む、石灰泥の脱水方法。

[請求項5] 紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程において生成する、２０℃以上６０℃以下の石灰泥に、請求項２に記載の石灰泥の脱水助剤を添加する工程を含む、石灰泥の脱水方法。

[請求項6] 紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程において生成する、５０℃以上８５℃以下の石灰泥に、請求項３に記載の石灰泥の脱水助剤を添加する工程を含む、石灰泥の脱水方法。

[請求項7] 紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程において生成する石灰泥の温度を測定する温度測定工程と、

前記石灰泥の温度が２０℃以上５０℃未満のときには請求項２に記載の脱水助剤を選択し、前記石灰泥の温度が５０℃以上６０℃以下のときには請求項２に記載の脱水助剤及び請求項３に記載の脱水助剤の少なくとも１種を選択し、前記石灰泥の温度が６０℃を超え８５℃以下のときには請求項３に記載の脱水助剤を選択する、脱水助剤の選択

工程と、

前記石灰泥に、選択された脱水助剤を添加する工程と、

前記脱水助剤が添加された石灰泥を脱水して脱水ケーキを得る脱水工程と、

を含む、石灰泥の脱水方法。

[請求項8] 紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程において生成する石灰泥を脱水する方法であって、請求項1～3のいずれか一項に記載の石灰泥の脱水助剤を、スラッジフィルター送り配管中のポンプサクション又はスラッジフィルターのシャワー水中に添加する工程を含む、請求項4～7のいずれか一項に記載の石灰泥の脱水方法。

[請求項9] 紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程において生成する石灰泥を脱水する方法であって、請求項1～3のいずれか一項に記載の石灰泥の脱水助剤を、スラッジフィルターのシャワー水中に添加する工程を含む、請求項4～7のいずれか一項に記載の石灰泥の脱水方法。

[請求項10] 紙及び／又はパルプ製造における苛性化工程が、クラフトパルプ製造における苛性化工程である、請求項4～9のいずれか一項に記載の石灰泥の脱水方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/059850

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C02F11/14(2006.01)i, C02F11/12(2006.01)i, D21C11/04(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C02F11/14, C02F11/12, D21C11/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2014
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2014	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2014

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2008/018358 A1 (Taihokohzai Co., Ltd.), 14 February 2008 (14.02.2008), entire text & JP 2008-36541 A & TW 200817553 A	1-6, 8-10
X	JP 2010-58072 A (Hakuto Co., Ltd.), 18 March 2010 (18.03.2010), entire text (Family: none)	1-6, 8-10
X	JP 2004-211020 A (Katayama Chemical, Inc.), 29 July 2004 (29.07.2004), entire text (Family: none)	1-6, 8-10

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
17 June, 2014 (17.06.14)

Date of mailing of the international search report
24 June, 2014 (24.06.14)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/059850

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2003-340500 A (Katayama Chemical, Inc.), 02 December 2003 (02.12.2003), entire text (Family: none)	1-6, 8-10
X	JP 2002-266273 A (Hakuto Co., Ltd.), 18 September 2002 (18.09.2002), entire text (Family: none)	1-6, 8-10
A	JP 2012-91072 A (Hakuto Co., Ltd.), 17 May 2012 (17.05.2012), entire text (Family: none)	1-10

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C02F11/14(2006.01)i, C02F11/12(2006.01)i, D21C11/04(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C02F11/14, C02F11/12, D21C11/04

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 4 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 4 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 4 年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	WO 2008/018358 A1（株式会社タイホーコーザイ）2008.02.14, 全文 & JP 2008-36541 A & TW 200817553 A	1-6, 8-10
X	JP 2010-58072 A（伯東株式会社）2010.03.18, 全文（ファミリーなし）	1-6, 8-10
X	JP 2004-211020 A（株式会社片山化学工業研究所）2004.07.29, 全文（ファミリーなし）	1-6, 8-10

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

1 7 . 0 6 . 2 0 1 4

国際調査報告の発送日

2 4 . 0 6 . 2 0 1 4

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

富永 正史

4 D

8 6 1 6

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 2 1

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 2003-340500 A (株式会社片山化学工業研究所) 2003. 12. 02, 全文 (ファミリーなし)	1-6, 8-10
X	JP 2002-266273 A (伯東株式会社) 2002. 09. 18, 全文 (ファミリーなし)	1-6, 8-10
A	JP 2012-91072 A (伯東株式会社) 2012. 05. 17, 全文 (ファミリーなし)	1-10